

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-226960

(43)Date of publication of application : 15.08.2003

(51)Int.Cl.

C23C 14/24
C04B 35/053
// H01J 9/02
H01J 11/02

(21)Application number : 2002-335652

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 19.11.2002

(72)Inventor : SAKURAI HIDEAKI
TOYOGUCHI GINJIRO
KUROMITSU YOSHIO

(30)Priority

Priority number : 2001367347 Priority date : 30.11.2001 Priority country : JP

(54) MgO VAPOR DEPOSITION MATERIAL AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electron beam vapor deposition method in which splashes are hard to occur even on vapor deposition by, and the film properties of an MgO film to be deposited is improved.

SOLUTION: The vapor deposition material consists of polycrystals having an MgO purity of $\geq 99.0\%$ and a relative density of $\geq 90.0\%$, and having a phosphorus P content of 0.01 to 30 ppm.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-226960

(P2003-226960A)

(43) 公開日 平成15年8月15日 (2003.8.15)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 2 3 C 14/24		C 2 3 C 14/24	E 4 G 0 3 0
C 0 4 B 35/053		H 0 1 J 9/02	F 4 K 0 2 9
// H 0 1 J 9/02		11/02	B 5 C 0 2 7
11/02		C 0 4 B 35/04	A 5 C 0 4 0
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 12 頁)			

(21) 出願番号	特願2002-335652 (P2002-335652)	(71) 出願人	000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(22) 出願日	平成14年11月19日 (2002.11.19)	(72) 発明者	桜井 英章 茨城県那珂郡那珂町向山1002-14 三菱マ テリアル株式会社総合研究所那珂研究セン ター内
(31) 優先権主張番号	特願2001-367347 (P2001-367347)	(74) 代理人	100064908 弁理士 志賀 正武 (外6名)
(32) 優先日	平成13年11月30日 (2001.11.30)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 MgO蒸着材およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 電子ビーム蒸着法にて蒸着しても、スプラッシュが殆ど発生せずかつ成膜されるMgO膜の膜特性の向上を図る。

【解決手段】 MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量が0.01~30ppmの多結晶とした。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量平均値が0.01~30ppmの多結晶ベレットとされることを特徴とするMgO蒸着材。

【請求項2】 前記多結晶ベレットがリンP含有量が低い粒状部分と、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを有することを特徴とする請求項1記載のMgO蒸着材。

【請求項3】 前記粒状部分と前記粒界部分におけるリンPの含有量の比が5より大きいことを特徴とする請求項2記載のMgO蒸着材。

【請求項4】 純度が99.0%以上かつリンP含有量が0.01~30ppmのMgO粉末を原料として焼結法により多結晶ベレットとすることを特徴とするMgO蒸着材の製造方法。

【請求項5】 前記多結晶ベレットにはリンP含有量が低い粒状部分と、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを形成することを特徴とする請求項4記載のMgO蒸着材の製造方法。

【請求項6】 前記粒状部分と前記粒界部分におけるリンPの含有量の比を5より大きくすることを特徴とする請求項5記載のMgO蒸着材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、MgO蒸着材及びその製造方法に係り、特に、AC型のプラズマディスプレイパネルのMgO膜の成膜等に用いて好適な技術に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、MgOは耐熱性に優れるため、主に坩堝や耐火煉瓦などの耐熱材料として使用され、その機械的強度を上げるために焼結助剤を添加すること等が試みられている。このような技術は、例えば、特許文献1~3等に記載されるものが知られている。

【0003】

【特許文献1】 特開平07-133149号公報

【特許文献2】 特許第2961389号公報

【特許文献3】 特公平07-102988号公報

【特許文献4】 特開平11-213875号公報

【特許文献5】 特開平05-311412号公報

【特許文献6】 特開平10-291854号公報

【特許文献7】 特開平10-297955号公報

【特許文献8】 特開平10-297956号公報

【特許文献9】 特開平11-29857号公報

【特許文献10】 特開平11-29355号公報

【特許文献11】 特開2000-63171号公報

【特許文献12】 特開平09-235667号公報

【非特許文献1】 IEICE Trans. Electron., vol. E82-C, No. 10, p. 1804-1807, (1999)

【0004】 近年、液晶 (Liquid Crystal Display : LCD) をはじめとして、各種の平面ディスプレイ (Flat Panel Display) の研究開発と実用化はめざましく、その生産も急増している。カラープラズマディスプレイパネル (Plasma Display Panel: PDP) についても、その開発と実用化の動きが最近活発になっている。PDPは大型化し易く、ハイビジョン用の大画面壁掛けテレビの最短距離にあり、既に対角60インチクラスのPDPの試作・製造が進められており、PDPの中では、電極構造の点において、金属電極がガラス誘電体材料で覆われるAC型が主流となっている。

【0005】 このAC型PDPでは、イオン衝撃のスパッタリングによりガラス誘電体層の表面が変化して放電開始電圧が上昇しないよう、ガラス誘電体層表面に高い昇華熱を持つ保護膜をコーティングする。この保護膜は直接放電用のガスと接しているために、耐スパッタリング性以外に、複数の重要な役割を担っている。即ち、保護膜に求められる特性は、放電時の耐スパッタリング性、高い2次電子放出能 (低い放電電圧を与える)、絶縁性、および、光透過性などがある。これらの条件を満たす材料として、一般にMgOを蒸着材料とし、電子ビーム蒸着法またはイオンプレーティング法により成膜されたMgO膜が使用されている。このMgO保護膜は、前述のように誘電体層の表面を放電時のスパッタリングから守ることでPDPの長寿命化に重要な働きをしており、保護膜の膜密度が高いほど耐スパッタ性は向上することが知られている (非特許文献1)。

【0006】 さらに、この保護膜材料 (蒸着材料) としてはMgO単結晶およびMgO多結晶が知られている。このような技術は、例えば、特許文献6~11等に記載されるものがある。

【0007】 上記MgO多結晶は一般に海水法や気相法で得られた任意の純度、不純物組成のMgO粉末を造粒、成型、焼成することで製造される。一方単結晶MgOは一般に、純度が98%以上のMgOクリンカや軽焼MgO (1000℃以下で焼結されたもの) を電弧炉 (アーク炉) で溶融することにより、すなわち、電融によりインゴットとした後、このインゴットから単結晶部分を取り出して破碎することにより製造される。これらを製造するための原料として用いられるMgO粉末やMgOクリンカー、軽焼MgOには、その製造原理上およびMgO固有の反応性の高さゆえ、一般に不純物としてリンP成分が含まれる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 電子ビーム蒸着法や、イオンプレーティング法などでの成膜時に、MgO蒸着材から放出される不純物リンP量が、蒸着材の飛散 (スプラッシュ) 発生の程度に悪影響を及ぼすことが判明した。すなわち、不純物リンP量の増大に従ってスプラッシュ発生の度合いは増大し、スプラッシュ程度が多いと

成膜に使用できる蒸着材量の使用効率が低下し、結果的に材料コストが増大してしまうという問題があった。さらに不純物リンP量が多いと、得られた膜の結晶配向性および微細組織の制御が難しくなり、さらにMgO膜成分の基板上への緻密な堆積を阻害するため、結果的に膜密度が低下するという問題があった。このMgOの膜密度が低下した場合、屈折率の低下、耐スパッタ性の低下、放電特性、絶縁性の悪化、等の問題点が発生する可能性があった。

【0009】なお、ここで、スパッタリング法に用いられるターゲット材としては上記特許文献12に記載される技術が知られている。スパッタリング法に用いられるターゲット材を作成する場合には、このターゲット材をできるだけ高密度に作ることが必要とされる。これに対して電子ビーム蒸着法に用いられる蒸着材を作成する場合には、蒸着材として必要とされる密度の範囲は、この蒸着材からの脱ガス測定および成膜の評価結果から、それほど精密に作製する必要がなく、蒸着材の密度の許容範囲が比較的広いことを本願発明者らは確認している。

【0010】また、ターゲット材と蒸着材とは微細組織的には大きな相違点はないけれども、マクロ的には大きな相違点がある。すなわち、スパッタリング法では、ターゲット材が円板や角板などの比較的大きな板状に形成されるのに対し、電子ビーム蒸着材では、蒸着材が小さなペレット状に形成される。アルゴン等の陽イオンがターゲット材である成膜材料を原子レベルで叩き出して基板に堆積させるスパッタリング法において、ターゲット材を基板などの被成膜物に比べ比較的大きな板状に形成するのは、ターゲット材から得られる膜の厚さの分布を均一にするためである。

【0011】これに対し、電子ビームにて加熱し気相状態にすることにより基板に堆積させる電子ビーム法において、蒸着材を小さなペレット状に形成するのは、蒸着材を電子ビーム蒸着装置の坩堝に順次供給するためである。また、電子ビーム蒸着法では、スブラッシュといわれる電子ビーム蒸着法に特有の現象や成膜速度上の観点から蒸着時の最適なサイズ範囲が存在する。

【0012】このようにスパッタリング法と電子ビーム蒸着法の成膜メカニズムが異なるため、成膜条件も全く異なり、得られる膜質も異なったものとなる。すなわち、スパッタリング法ではターゲット材がスパッタリングされ易いか否か（耐スパッタ性）によって得られた膜の組成が異なるのに対し、電子ビーム蒸着法では、蒸着材が気相状態になりやすいか否か（蒸気圧）によって膜の組成が異なる。この結果、全く同じ組成のターゲット材と蒸着材から得られる膜の組成は異なり、また、膜中に取り込まれる不純物量も同様に異なる。

【0013】さらに、ターゲット材では、通常、焼結等により板状に成形した後に、その表面粗さを平面研削盤等を用いて約1 μ m以下になるように研削する必要がある。

これは、ターゲット材にとがった部分が存在すると、その部分に電子が集まりやすくなり、アルゴンイオンの衝突が集中してアーキングと呼ばれる現象が発生し、得られる膜質が不均一になるため、ターゲット材の尖った部分を除去するためである。これに対して、蒸着材では、その表面粗さをできるだけ大きくすることにより成膜速度を大きくすることができる。このメカニズムは不明であるけれども、蒸着材の蒸発面積が増えることが大きな要因であると考えられる。

【0014】従って、ターゲット材と蒸着材とは似て異なるものであり、それぞれの組成・形状等の条件が類似するからといって、互いの分野にそれぞれの技術を適用しているとはいえないものである。

【0015】本発明は、上記の事情に鑑みてなされたもので、以下の目的を達成しようとするものである。

1. 蒸着材におけるスブラッシュの低減を図ること。
2. 蒸着材におけるリンP量の適性化をおこなうこと。
3. MgOの膜密度の低下防止を図ること。
4. 光透過性の低下、耐スパッタ性の低下、放電特性、絶縁性の悪化等の防止を図ること。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明のMgO蒸着材においては、MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量平均値が0.01~30ppmの多結晶ペレットとされることにより上記課題を解決した。本発明はまた、前記多結晶ペレットがリンP含有量が低い粒状部分と、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを有することが好ましい。本発明はまた、前記粒状部分と前記粒界部分とにおけるリンPの含有量の比が5より大きいことも可能である。本発明のMgO蒸着材の製造方法において、リンP含有量が0.01~30ppmのMgO粉末を原料として焼結法により多結晶ペレットとすることにより上記課題を解決した。本発明では、前記多結晶ペレットにはリンP含有量が低い粒状部分と、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを形成することが望ましい。本発明の前記粒状部分と前記粒界部分とにおけるリンPの含有量の比を5より大きくすることができる。

【0017】本発明のMgO蒸着材においては、MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量が0.01~30ppmとしたことにより、このようなMgO蒸着材料を用いて、電子ビーム蒸着法またはイオンプレーティング法によりAC型PDP等のMgO保護膜を成膜した際には、スブラッシュの発生程度が低減して保護膜としても膜特性を向上することができる。これは、上記のように設定することにより、ガス化成分が低減してスブラッシュが低減するためと考えられる。ここで、膜特性としては、MgOの膜密度、膜厚分布、屈折率、耐スパッタ性、放電特性（放電電圧、放電応答性等）、絶縁性等がある。

【0018】ここで、リンP含有量が0.01ppmより小さく設定された場合には、蒸着材の強度が不十分であるため好ましくなく、リンP含有量が30ppmより大きく設定された場合には、電子ビーム蒸着法や、イオンプレーティング法などでの成膜時に、蒸着材のスプラッシュ発生程度が増大し、その結果、成膜に使用できる蒸着材量の使用効率が低下し、結果的に材料コストが増大してしまうとともに、得られた膜の結晶配向性および微細組織の制御が難しくなり、さらにMgO膜成分の基板上への緻密な堆積を阻害するため、結果的に膜密度が低下するため好ましくない。

【0019】本発明のMgO蒸着材においては、MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量平均値が0.01~30ppmの多結晶ペレットとされることにより、単結晶ペレットに比べてスプラッシュの発生程度を低減して保護膜としても膜特性を向上することができる。これは、本願発明者が得た次のような知見によるものである。単結晶MgOからのスプラッシュ粒はりん片状であり、これは結晶面でのへき開が起こったためと推定される。一方、多結晶MgOでは形状は不規則で、これは結晶粒界での破断が進行したためと推定される。さらに、多結晶では単結晶に比べ脆性が高いため、いったん材料にマイクロクラックが発生してもただちにスプラッシュとなるには至らない。つまり、単結晶MgOに比べて多結晶MgOペレットにおいては、ペレットそのものが分割される頻度の低減を図ることができるからであると考えられる。

【0020】本発明はまた、前記多結晶体がリンP含有量が低い粒状部分（結晶粒部分）と、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを有することにより、スプラッシュの発生程度を低減して保護膜としても膜特性を向上することができる。これは、本願発明者が得た次のような知見によるものである。後述する実施例等の各種分析結果より、単結晶ペレットではガス化成分であるリンPが内部にほぼ均一に存在している。そしてこれに対し、多結晶ペレットではガス化成分であるリンPが粒状部分表面（粒界部分）およびペレット表面に偏在することを突き止めた。つまり、材料内部において、加熱した際にガス化して体積膨張を起こす原因となるガス化成分の1つとしてのリンPが偏在した場合には、このガス化成分がイオンビーム蒸着時の加熱によって体積膨張し、この体積膨張がペレットにマイクロクラックを発生させ、このマイクロクラックがスプラッシュの引き金となると考えられるからである。

【0021】ただし多結晶では単結晶に比べ脆性が高いため、一旦材料にマイクロクラックが発生しても直ちにスプラッシュには至らない。またその場合にはガス化成分が抜けるパスが出来るためさらにスプラッシュは起こりにくくなると予想される。このため多結晶は単結晶に比べ、スプラッシュ量が少なくなると考えられる。

【0022】本発明の前記粒状部分と前記粒界部分とにおけるリンPの含有量の比を5より大きくすることが、スプラッシュをさらに抑えるために効果的であることを見出し得た。

【0023】さらに、上記のように、前記粒状部分と前記粒界部分とにおけるリンPの含有量の比は5より大きく設定されることが好ましい。ここで、上記の两部分におけるリンPの含有量の比を5より小さくした場合には、粒状部分におけるガス化成分であるリンPが多くなりすぎるため、粒状部分と粒界部分とのリンP含有量の差が小さくなり、ガス化成分の偏在によるメリット、つまり、加熱時に粒界部分においてガス化成分が抜けるパスができて、スプラッシュが低減するというメリットが低減してしまうため好ましくない。また、ペレット全体のリンP含有量が増大して、やはりスプラッシュ低減ができないため好ましくない。

【0024】さらに、本発明において、前記MgOの前記粒状部分におけるリンPの含有量が0.003元素%以下とされ、また、前記粒界部分におけるリンPの含有量が0.04元素%程度とされることができる。ここで、上記粒状部分および粒界部分の値は、多結晶断面のTEM-EDX（透過型電子顕微鏡形態観察）による組成分析により求めたものである。また、参考として、リンPの存在形態はESCA（Electron Spectroscopy for Chemical Analysis またはXPS；X-ray Photoelectron Spectroscopy）により、試料最表面およびアルゴンイオンでスパッタエッチングした内部についておこなった。ここで、ESCA分析は、サンプルにX線を照射して、その際放射される電子エネルギーを測定するものである。また、サンプル中に含まれるリンPの平均含有量は、サンプルを高周波融解し、その際放出されるPO₂ガスの熱伝導率により測定した。

【0025】ここで、粒界部分の厚さは1~200nm程度とされることが好ましい。これにより、加熱時に、ガス化成分であるリンPが体積膨張した際に、ガス化成分のがペレット外に速やかに抜けるパスが出来るためさらにスプラッシュを起こりにくすることができる。このとき、粒界部分の厚さは1nm程度より薄く設定された場合には、ガス化成分であるリンP濃度の比較的高い粒界部分を充分形成することができないため加熱時にガス化成分を速やかに逃がすことができず、スプラッシュ程度が増えてしまうため好ましくない。また、粒界部分の厚さは200nm程度より厚く設定された場合には、ガス化成分であるリンP含有量が多すぎるため、スプラッシュ程度が増えてしまい好ましくない。

【0026】さらに、本発明において、前記MgOの焼結体からなる多結晶ペレットの平均結晶粒径が1~500μmであって、焼結体ペレットの結晶粒内に平均内径10μm以下の丸みを帯びた気孔を有することができる。このMgO蒸着材では、多結晶MgOの焼結体ペレ

ットが微細な結晶構造を有し、かつその結晶粒界に欠陥が生じるのを低減できるため、成膜されたMgO膜は優れた膜特性を有する。

【0027】また本発明は、さらに多結晶MgOの焼結体からなる多結晶ペレットに含まれる、Siが元素濃度で5000ppm以下であり、またAlの不純物が元素濃度で300ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で2000ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で400ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で50ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で30ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で300ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であることが可能である。このMgO蒸着材では、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性をさらに向上することができる。

【0028】本発明のMgO蒸着材の製造方法において、リンP含有量が0.01~30ppmのMgO粉末を原料として用いることにより、上記のようなMgO蒸着材を製造することが可能となる。

【0029】また、本発明では、純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上、リンP含有量が0.01~30ppmで、平均粒径が0.1~5 μ mのMgO粉末を原料として用い、この粉末とバインダと有機溶媒とを混合して濃度が45~75重量%のスラリーを調製する工程と、前記スラリーを噴霧乾燥して平均粒径が50~300 μ mの造粒粉末を得る工程と、前記造粒粉末を所定の型に入れて所定の圧力で成形する工程と、前記成形体を所定の温度で焼結する工程とを有することができる。なお、造粒粉末を得る工程は、一般的な転動造粒法であってもよい。この方法で多結晶MgO蒸着材を製造すると、上記のMgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90%以上で、リンP含有量が0.0~30ppmであるMgOの焼結体ペレットからなるMgO蒸着材を得ることができる。

【0030】この際、原料粉末MgOに対する脱リン処理として、MgO粉末を真空加熱して脱リン処理をおこない、リンP含有量の平均値が小さい脱リンMgO粉末を得る。ここで、リンP含有量の平均値とは、ペレット全体におけるリンPの含有量の平均ということであり、粒状部分および粒界部分におけるそれぞれのリンP含有量とは違うものである。

【0031】この方法で多結晶MgO蒸着材を製造すると、上記のMgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90%以上で、リンP含有量が0.01~30ppmであるMgOの焼結体の多結晶ペレットからなるMgO蒸着材を得ることができる。

【0032】さらに、造粒粉末を750~2000kg/cm²の圧力で一軸加圧成形するか或いは造粒粉末を1000~3000kg/cm²の圧力でCIP成

形することが好ましく、また成形体を1250~1350℃の温度で一次焼結した後、昇温して1500~1700℃の温度で二次焼結することが好ましい。

【0033】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係るMgO蒸着材およびその製造方法の第1実施形態を詳しく説明する。

【0034】本実施形態のMgO蒸着材は、リンP含有量が0.01~30ppmとされて、MgO純度が99.0%以上、さらに好ましくは99.5%以上、99.9%以上、かつ相対密度が90%以上、さらに好ましくは97%以上、98%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットからなる。またこの焼結体ペレットの平均結晶粒径は1~500 μ mであり、焼結体からなる多結晶ペレットの結晶粒内には平均内径10 μ m以下の丸みを帯びた気孔を有する。

【0035】ここで、リンP含有量が0.01ppmより小さく設定された場合には、蒸着材強度が不十分のため好ましくなく、リンP含有量が30ppmより大きく設定された場合には、電子ビーム蒸着法や、イオンプレーティング法などでの成膜時に、蒸着材のスプラッシュ発生程度が増大し、その結果、成膜に使用できる蒸着材量の使用効率が低下し、結果的に材料コストが増大してしまうとともに、得られた膜の結晶配向性および微細組織の制御が難しくなり、さらにMgO膜成分の基板への緻密な体積を阻害するため、結果的に膜密度が低下するため好ましくない。

【0036】また、焼結体からなる多結晶ペレットの平均結晶粒径を1~500 μ mとしたのは、この粒径範囲であれば、MgOの組織を制御できるからである。また焼結体ペレットの結晶粒内の気孔の平均内径を10 μ m以下としたのは、10 μ mを越えるとMgOの組織制御が難しいからである。

【0037】焼結体からなる多結晶ペレットは、前記多結晶体がリンP含有量が低い粒状部分（結晶粒部分）と、この粒状部分（結晶粒部分）の周りに、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを有する。具体的に、それぞれのリンP含有量は、それぞれ、前記粒状部分におけるリンPの含有量が0.000001~0.003元素%程度とされることが好ましく、また、前記粒界部分におけるリンPの含有量が0.001~0.05元素%程度とされることが好ましい。

【0038】ここで、前記粒状部分におけるリンPの含有量が0.000001~0.003元素%程度の範囲に設定されなかった場合には、平均のリンP量が大きくなり、スプラッシュが極めて激しくなったり、原材料の脱リン処理が極めて長くなり結果的に製造コストの増大を招くことになるため好ましくない。また、前記粒界部分におけるリンPの含有量が0.001~0.05元素%程度の範囲に設定されなかった場合には、スプラッシュの低減効果が不十分となるため好ましくない。

【0039】また、上記のように、前記粒状部分と前記粒界部分とにおけるリンPの含有量の比は5より大きく設定されることが好ましい。ここで、上記の両部分におけるリンPの含有量の比を5より小さくした場合には、粒状部分におけるガス化成分であるリンPが多くなりすぎるため、粒状部分と粒界部分とのリンP含有量の差が小さくなり、ガス化成分の偏在によるメリット、つまり、加熱時に粒界部分においてガス化成分が抜けるパスができて、スブラッシュが低減するというメリットが低減してしまうため好ましくない。また、ペレット全体のリンP含有量が增大して、やはりスブラッシュ低減ができないため好ましくない。また、リンPの含有量の比を上記の値より小さくしてリンP含有量の平均を小さくしない場合には、粒界部分に沿って発生すると考えられるガス化成分のペレット外への膨出が阻害される可能性があり、ガス化成分の体積膨張のためにマイクロクラックが発生してスブラッシュ発生程度が高くなる可能性があるため好ましくない。

【0040】ここで、粒界部分の厚さは1~200nm程度とされることが好ましい。このとき、粒界部分の厚さは1nm程度より薄く設定された場合には、ガス化成分であるリンP濃度の比較的高い粒界部分を充分形成することができないため加熱時にガス化成分を速やかに逃がすことができず、スブラッシュ程度が増えてしまうため好ましくない。また、粒界部分の厚さは200nm程度より薄く設定された場合には、ガス化成分であるリンP含有量が多すぎるため、スブラッシュ程度が増えてしまい好ましくない。

【0041】多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる不純物(Si, Al, Ca, Fe, Cr, V, Ni, Na, K, C及びZr)の含有量は合計で10000ppm以下であることが好ましい。また上記不純物の個別的な含有量は、Siが元素濃度で5000ppm以下、Alが元素濃度で300ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で2000ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で400ppm以下であり、Cr, V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で50ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で30ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で300ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であることが好ましい。上記各不純物が元素濃度で上記値を超えると、MgO蒸着材を電子ビーム蒸着法で成膜したガラス基板をパネルに組込んだときに、膜質にばらつきが生じるために、電気的特性、例えば駆動電圧が高くなったり或いは不安定になったりする不具合がある。

【0042】このように構成されたMgO蒸着材の製造方法を説明する。

【0043】まず、純度が99.0%以上のMgO粉末から、リンP含有量が0.01~30ppmの脱リンMgO粉末を作製する。ここで、MgO粉末を真空加熱し

て脱リン処理をおこない、リンP成分量の少ない脱リンMgO粉末を得る。具体的には、800~1200℃、0.1~2時間の加熱条件で脱リン加熱処理をおこなう。

【0044】このリンP含有量が0.01~30ppmとされた脱リンMgO粉末とバインダと有機溶媒とを混合して、濃度が45~75重量%のスラリーを調製する。スラリーの濃度を45~75重量%に限定したのは、75重量%を越えると上記スラリーが非水系であるため、安定した造粒が難しい問題点があり、45重量%未満では均一な組織を有する緻密なMgO焼結体が得られないからである。即ち、スラリー濃度を上記範囲に限定すると、スラリーの粘度が200~1000cpsとなり、スプレードライヤによる粉末の造粒を安定して行うことができ、更には成形体の密度が高くなって緻密な焼結体の製造が可能になる。

【0045】また脱リンMgO粉末の平均粒径は0.1~5μmの範囲内にあることが好ましい。MgO粉末の平均粒径を0.1~5μmと限定したのは、0.1μm未満では、粉末が細かすぎて凝集するため、粉末のハンドリングが悪くなり、45重量%以上の高濃度スラリーを調製することが困難となるためであり、5μmを越えると、微細構造の制御が難しく、緻密な焼結体ペレットが得られないからである。またMgO粉末の平均粒径を上記範囲に限定すると、焼結助剤を用いなくても所望の焼結体ペレットが得られる利点もある。バインダとしてはポリエチレングリコールやポリビニールブチラール等を、有機溶媒としてはエタノールやプロパノール等を用いることが好ましい。バインダは0.2~2.5重量%添加することが好ましい。

【0046】またMgO粉末とバインダと有機溶媒との湿式混合、特にMgO粉末と分散媒である有機溶媒との湿式混合は、湿式ボールミル又は攪拌ミルにより行われる。湿式ボールミルでは、ZrO₂製ボールを用いる場合には、直径5~10mmの多数のZrO₂製ボールを用いて8~24時間、好ましくは20~24時間湿式混合される。ZrO₂製ボールの直径を5~10mmと限定したのは、5mm未満では混合が不十分となることからであり、10mmを越えると不純物が増大する不具合があるからである。また混合時間が最長24時間と長いのは、長時間連続混合しても不純物の発生が少ないからである。一方、湿式ボールミルにおいて、鉄芯入りの樹脂製ボールを用いる場合には、直径10~15mmのボールを用いることが好ましい。

【0047】攪拌ミルでは、直径1~3mmのZrO₂製ボールを用いて0.5~1時間湿式混合される。ZrO₂製ボールの直径を1~3mmと限定したのは、1mm未満では混合が不十分となることからであり、3mmを越えると不純物が増える不具合があるからである。また混合時間が最長1時間と短いのは、1時間を越

えると原料の混合のみならず粉碎の仕事をするため、不純物の発生の原因となり、また1時間もあれば十分に混合できるからである。また、粉末とバインダ液の混合/造粒は、一般的な転動造粒法でおこなってもよい。この場合、工程後のボール等との分離作業が必要なく、工程が簡略化される利点がある。

【0048】次に上記スラリーを噴霧乾燥して平均粒径が $50\sim 300\mu\text{m}$ 、好ましくは $50\sim 200\mu\text{m}$ の造粒粉末を得た後、この造粒粉末を所定の型に入れて所定の圧力で成形する。ここで、平均粒径を $50\sim 300\mu\text{m}$ と限定したのは、 $50\mu\text{m}$ 未満では成形性が悪い不具合があり、 $300\mu\text{m}$ を越えると成形体密度が低く強度も低い不具合があるからである。上記噴霧乾燥はスプレードライヤを用いて行われることが好ましく、所定の型は一軸プレス装置又は冷間静水圧成形装置(CIP (Cold Isostatic Press) 成形装置) が用いられる。一軸プレス装置では、造粒粉末を $750\sim 2000\text{kg}/\text{cm}^2$ 、好ましくは $1000\sim 1500\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で一軸加圧成形し、CIP成形装置では、造粒粉末を $1000\sim 3000\text{kg}/\text{cm}^2$ 、好ましくは $1500\sim 2000\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力でCIP成形する。圧力を上記範囲に限定したのは、成形体の密度を高めるとともに焼結後の変形を防止し、後加工を不要にするためである。

【0049】さらに成形体を焼結する。焼結する前に成形体を $350\sim 620^\circ\text{C}$ の温度で脱脂処理することが好ましい。この脱脂処理は成形体の焼結後の色むらを防止するために行われ、時間をかけて十分に行うことが好ましい。焼結は $1250\sim 1350^\circ\text{C}$ の温度で1~5時間行う一次焼結と、この後に更に昇温して $1500\sim 1700^\circ\text{C}$ の温度で1~10時間行う二次焼結とからなる二段焼結により行われる。

【0050】成形体を先ず一次焼結するために昇温すると、 1200°C から焼結が始まり、 1350°C で焼結はかなり進む。この温度で一次焼結することにより、粒径が大きくてもその表面と内部との焼結むら(組織構造の差)はなく、 $1500\sim 1700^\circ\text{C}$ の温度で二次焼結することにより、相対密度が100%に近い焼結体ペレットが得られる。この焼結体ペレットには僅かな気孔が存在するが、この気孔はMgO焼結体の特性に影響を与える結晶粒界ではなく、MgO焼結体の特性に殆ど影響を与えない結晶粒内に存在する。この結果、本発明のリンP含有量とされるMgO焼結体ペレットをプラズマディスプレイパネルに成膜すると、スプラッシュが少なく、膜特性の良好なMgO膜を得られる。

【0051】なお、形状の大きな成形体を焼結する場合には、上記二段焼結時の昇温速度を $20\sim 30^\circ\text{C}/\text{時間}$ と遅くすれば更に緻密化を図ることができる。また、常圧における焼結では、焼結温度が 1500°C 未満であると十分に緻密化できないけれども、焼結温度が 1500

$^\circ\text{C}$ 以上であれば高密度の焼結体を得ることができるので、熱間静水圧成形法(HIP (Hot Isostatic Press) 法)やホットプレス法等の特殊な焼結を行わなくても済む。

【0052】本実施形態のMgO蒸着材およびその製造方法においては、MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量平均値が $0.01\sim 30\text{ppm}$ の多結晶ペレットとされることにより、このようなMgO蒸着材料を用いて、電子ビーム蒸着法またはイオンプレーティング法によりAC型PDP等のMgO保護膜を成膜した際には、単結晶ペレットに比べてスプラッシュの発生程度を低減して保護膜としても膜特性を向上することができる。これは、上記のように設定することにより、ガス化成分が低減してスプラッシュが低減するためと考えられる。

【0053】これにより、電子ビーム蒸着法や、イオンプレーティング法などでの成膜時に、蒸着材のスプラッシュ発生程度が増大することを防止し、その結果、成膜に使用できる蒸着材量の使用効率低下を防止し、結果的に材料コストの低減を図ることができるとともに、得られた膜の結晶配向性および微細組織の制御が難しくなることを防止し、さらにMgO膜成分を基板上へ緻密に堆積させるため、結果的に膜密度の低下を防止できる。

【0054】さらに、本実施形態のMgO蒸着材においては、単結晶MgOからのスプラッシュ粒は、結晶面でのへき開が起こったためと推定されるりん片状であるのに対し、一方、多結晶MgOでは、これは結晶粒界での破断が進行したためと推定され、その形状は不規則であるためスプラッシュが低減すると考えられる。さらに、多結晶では単結晶に比べて脆性が高いため、いったん材料にマイクロクラックが発生してもただちにスプラッシュとなるには至らず、つまり、単結晶MgOに比べて多結晶MgOペレットにおいては、ペレットそのものが分割される頻度の低減を図ることができることによりスプラッシュが低減するためと考えられる。

【0055】本実施形態はまた、前記多結晶体がリンP含有量が低い粒状部分(結晶粒部分)と、該粒状部分よりもリンP含有量が高い粒界部分とを有することにより、スプラッシュの発生程度を低減して保護膜としても膜特性を向上することができる。これは、各種分析結果より、単結晶ペレットではガス化成分であるリンPが内部にほぼ均一に存在しているのに対し、多結晶ペレットではガス化成分であるリンPが粒状部分表面(粒界部分)およびペレット表面に偏在することに起因すると考えられる。

【0056】つまり、材料内部において、加熱した際にガス化して体積膨張を起こす原因となるガス化成分の1つとしてのリンPが偏在することにより、このガス化成分が電子ビーム蒸着時の加熱によって体積膨張した場合でも、この体積膨張により発生するペレットのマイクロ

クラックを粒界部分に沿って発生させることにより、マイクロクラックが直接的にスブラッシュの引き金となることを低減することができると考えられるからである。

【0057】さらに、多結晶では単結晶に比べ脆性が高いため、一旦材料にマイクロクラックが発生しても直ちにスブラッシュには至らない。またその場合にはガス化成分が抜けるパスが出来るためさらにスブラッシュは起こりにくくなると予想される。このため多結晶は単結晶に比べ、スブラッシュ量が少なくなると考えられる。

【0058】本実施形態において、前記粒状部分と前記粒界部分におけるリンPの含有量の比を上述したように設定することにより、上記のように前記粒状部分と前記粒界部分におけるリンPの含有量の比を設定することができ材料の脆性のみならず、スブラッシュの引き金となるガス化成分としてのリンP量の低減を図ることができるため、スブラッシュをさらに抑えるために効果的である。

【0059】さらに、粒界部分の厚さが1~200nm程度とされることにより、加熱時に、ガス化成分であるリンPが体積膨張した際に、ガス化成分のがベレット外に速やかに抜けるパスが出来るためさらにスブラッシュを起こりにくくすることができる。このとき、粒界部分の厚さは1nm程度より薄く設定された場合には、ガス化成分であるリンP濃度の比較的高い粒界部分を充分形成することができないため加熱時にガス化成分を速やかに逃がすことができず、スブラッシュ程度が増えてしまうため好ましくない。また、粒界部分の厚さは200nm程度より薄く設定された場合には、ガス化成分であるリンP含有量が多すぎるため、スブラッシュ程度が増えてしまい好ましくない。

【0060】以下、本発明に係るMgO蒸着材およびその製造方法の第2実施形態を詳しく説明する。

【0061】本実施形態においても、第1実施形態と同様に、リンP含有量が0.01~30ppmとされて、純度が99.0%以上の脱リンMgO粉末を電融し、徐冷してインゴットとした後、このインゴットから単結晶部を取り出して破砕し、約2~8mm径で中心径約5mmの板状単結晶ベレットを作製する。この結果、第1実施形態と同様に、本実施形態のリンP含有量とされるMgO単結晶ベレットをプラズマディスプレイパネルに成膜すると、スブラッシュが少なく、膜特性の良好なMgO膜を得ることができる。

【0062】以下に実施例及び比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

【0063】まず、市販のMgO粉末/クリンカをインパルス融解し、その際放出される PO_2 ガスの熱伝導率により、リンP含有量を測定した。また、原子吸光およびICP (Inductively Coupled Plasma emission spectrochemical analysis 誘導結合形プラズマ分析法) に

より、MgO純度を測定した。ここで、クリンカの場合は、粉砕して粉末とした。また、MgO純度は、ICPにより得られた主要な不純物金属元素 (Al, Si, Fe, Ca, Ni, Na, K, Zr, Cr, V, C) 量を100%より差し引いた値で示した。これらの結果を表1に示す。

【0064】これらのMgO粉末を、800~1200℃、0.1~2時間の温度条件で真空加熱して脱リン素処理をおこない、リン成分量の少ない脱リンMgO粉末を得る。各脱リンMgO粉末におけるリンP量も表1に示す。

【0065】

【表1】

	市販のMgO粉末/クリンカ		脱リンMgO粉末
	純度(%)	リン量(ppm)	リン量(ppm)
実施例1	99.99	50	5
実施例2	99.9	100	20
実施例3	99.9	120	15
実施例4	99	180	30
実施例5	99	200	15

【0066】＜実施例1~4＞この表1に示す脱リン処理を施した脱リンMgO粉末 (平均粒径0.3μm) に対し、バインダとしてポリエチレングリコールを1重量%添加し、メタノール変性アルコールを分散媒とするスラリーを濃度30重量%に調製した。次いでこのスラリーをボールミル (直径5~20mmのナイロンコートスチールボール使用) にて24時間湿式混合した後、真空乾燥機にて80℃で分散媒を気化させ、引き続き乾式にて解砕することで、平均粒径200μmの造粒粉末を得た。次に得られた造粒粉末を一軸成形プレス装置にて、1000kg/cm²で外径6.7mmφ、厚さ2.0mmに成形した。更にこの成形体を電気炉に入れ、大気中1300℃で1時間一次焼成した後、1650℃で3時間二次焼成した。得られた多結晶焼結体ベレットは、外径5.0±0.5mmφ、厚さ1.6±0.2mmであった。この焼結体の円板を実施例1~4とした。

【0067】＜実施例5＞この表1に示す脱リン処理を施した脱リンMgO粉末を電融し、徐冷してインゴットとした後、このインゴットから単結晶部を取り出して破砕し、約2~8mm径で中心径約5mmの板状単結晶ベレットを得て、これを実施例5とした。

【0068】＜比較例1~4＞脱リン処理を施す前のMgO粉末を用いて、実施例1~4と同様に多結晶焼結体ベレットを得て、これを比較例1~4とした。

【0069】＜比較例5＞脱リン処理を施す前のMgO粉末を用いて、実施例5と同様に板状単結晶ベレットを得て、これを比較例5とした。

【0070】＜比較試験と評価＞

(a) 相対密度及びリンP量測定

実施例1~5および比較例1~5で得られたベレットの相対密度をそれぞれトルエン中、アルキメデス法で測定

した。また、MgO粉末と同様、MgOペレット中のリンP量を測定した。これらの結果を表2に示す。

【0071】(b) スブラッシュ評価

MgO蒸着材のスブラッシュ試験は、電子ビーム蒸着装置の半球状のハース（直径50mm、深さ25mm）に実施例1～5および比較例1～5で得られた蒸着材を仕込み、到達真空度 2.66×10^{-4} Pa (2.0×10^{-6} Torr)、 O_2 分圧 1.33×10^{-2} Pa

(1.0×10^{-4} Torr)の雰囲気にして、加速電圧10kV、ビームスキャンエリア約40mmφの電子ビームを照射することで、MgO蒸着材を加熱した。なお、電子ビーム電流量は90mAで10min保持し、その際のハースの状態をデジタルビデオカメラにて直接観察し、飛散する粒子の数をカウントすることで評価した。この結果を表2に示す。

【0072】(c) 耐スパッタリング性評価

実施例1～5および比較例1～5で得られたMgO蒸着

材を用いて、膜厚1000Åの熱酸化膜の付いたシリコンウェハ上に、到達真空度 2.66×10^{-4} Pa

(2.0×10^{-6} Torr)、 O_2 分圧 1.33×10^{-2} Pa (1.0×10^{-4} Torr)、基板温度200℃、MgO蒸着材と基板間の距離400mm、成膜速度 15 Å/sec の条件で、約8000Åの膜厚のMgO薄膜を得た。このMgO薄膜をArイオン(2kV)にて膜表面よりエッチングし、膜厚を膜全体がエッチングされるまでの時間で除した値Spによって耐スパッタリング性を評価した。ここで、膜全体がエッチングされる時間は、膜成分のMgと基板成分のSiとの元素量曲線が交差するまでの時間とする。また、Sp値は小さいほど耐スパッタ性が良好であることを示している。この結果を表2に示す。

【0073】

【表2】

	相対密度	Mgペレット中の残留リン量(ppm)	スブラッシュ(個)	耐スパッタリング性Sp(A/min)
実施例1	95.20	0.5	1	10.9
実施例2	99.01	17	1	9.8
実施例3	95.01	8	2	10.8
実施例4	92.77	20	2	10.9
実施例5	100.00	10	7	10.7
比較例1	94.88	40	13	11.6
比較例2	97.54	80	10	11.6
比較例3	92.57	70	19	12.0
比較例4	91.89	120	11	12.5
比較例5	99.89	50	19	12.0

【0074】これらの結果から、実施例1～5のMgO蒸着材を使用した場合には、スブラッシュが1桁と少なく、またSp値が11.0以下であるのに対し、比較例1～5のMgO蒸着材を使用した場合には、スブラッシュが2桁となり、またSp値が11.0以上となり、耐スパッタ性が低下していることが解る。

【0075】(d) 単結晶と多結晶の硬さ（材料の脆性）比較

焼結法による多結晶ペレットである実施例3と、電融法による単結晶ペレットである実施例5とでビッカース硬度(Hv)、破壊靱性(K_{IC})の測定をおこなった。ビッカース硬度(Hv)は、実施例3と実施例5において、それぞれ 608 ± 35 、 698 ± 51 （実測値）で、単結晶である実施例5が15%程高いが、一方破壊靱性(K_{IC})は、それぞれ $1.91 \text{ Mpa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、 $1.26 \text{ Mpa} \cdot \text{m}^{1/2}$ （実測値）で単結晶である実施例5は34%程低く、一旦マイクロクラックが発生すると直ちに伝播し、蒸着材破片の飛散（スブラッシュ）が起こり易いと考えられる。

【0076】(e) 結晶質によるスブラッシュ比較試験
上記(b)におけるスブラッシュ評価と同様に、多結晶ペレットである実施例3と、単結晶ペレットである実施例5とでスブラッシュ試験をおこなった。ここでのスブ

ラッシュ評価は、前述した内容とほぼ同じだが、電子ビーム電流値を30～240mAに順次増加させ、各電流値で1min間保持した際の値を示した。その結果を図1に示す。

【0077】図1の結果から単結晶ペレットである実施例5に比べて、多結晶ペレットである実施例3の方が、スブラッシュ発生は半分程度以下であることがわかる。また、このときのスブラッシュ粒を調べた。その結果を図2に示す。

【0078】図2によれば、単結晶からのスブラッシュ粒はりん片状であり、これは結晶面でのへき開が起こったためと推定される。一方、多結晶では形状は不規則で、これは結晶粒界での破断が進行したためと推定される。単結晶はガス化成分が内部に均一に存在し、一方多結晶体は表面／粒界面に偏在（各種分析結果）し、材料内部のガス化成分の加熱による体積膨張がスブラッシュの引き金となると考えられる。ただし多結晶では単結晶に比べ脆性が高いため、一旦材料にマイクロクラックが発生しても直ちにスブラッシュには至らない。またその場合にはガス化成分が抜けるパスが出来るためさらにスブラッシュは起こりにくくなると予想される。このため多結晶は単結晶に比べ、スブラッシュ量が少なかった（表2、図1）と考えられる。以上のように材料の脆性

も重要だが、表2より、スブラッシュの引き金となるガス化成分量の低減が、スブラッシュをさらに抑えることにより一層効果的であることがわかる。

【0079】(f) ガス化成分 (リンP) 偏在評価

次に、実施例4における多結晶ペレット内において、粒状・粒界部分、最表面、および、全体に対して次のような組成・形態分析をおこなった。

【0080】1. 粒界・粒状部分分析：TEM-EDX (透過型電子顕微鏡形態観察) により、分析点30nmφでおこなった。

2. 最表面分析；ESCAにより評価。アルゴンイオンでサンプル表面を0.5分間スパッタエッチング (最表面より約0.5nmのエッチング) してクリーニングした後の表面の分析。分析深さは0.5～5nm程度。

3. 全体分析；サンプル全体を高周波溶解し、その際放出されるその際放出される PO_2 ガスの熱伝導率により測定した。

これらの結果を表3、表4および図3に示す。図3はサンプルの断面TEM写真であり、図において、符号1～5は測定点を示すものであり、点1～3は粒界部分に、また、点4、5は結晶粒部分 (粒状部分) に位置している。また、各点1～5を表においては#1～#5で示している。

【0081】

【表3】

粒界(分析エリア:30nmφ)				
	#1	#2	#3	average
Mg	48.87	48.54	47.75	48.39
O	49.78	50.53	50.94	50.42
Si	0.60	0.64	0.72	0.65
Fe	0.19	0.04	0.13	0.12
Cr	0.00	0.00	0.01	0.00
Ca	0.02	0.00	0.00	0.01
Al	0.26	0.00	0.23	0.16
Na	0.00	0.00	0.00	0.00
Nb	0.08	0.00	0.00	0.03
K	0.00	0.03	0.00	0.01
Cl	0.01	0.01	0.00	0.01
N	0.14	0.14	0.13	0.14
S	0.04	0.03	0.03	0.03
P	0.04	0.04	0.04	0.04

【表4】 単位: 元素%

粒内(分析エリア:30nmφ)			
	#4	#5	average
Mg	48.87	48.54	48.71
O	50.52	51.18	50.85
Si	0.04	0.20	0.12
Fe	0.00	0.00	0.00
Cr	0.01	0.02	0.01
Ca	0.02	0.03	0.02
Al	0.00	0.00	0.00
Ni	0.00	0.00	0.00
Na	0.49	0.00	0.25
K	0.01	0.00	0.01
Cl	0.00	0.00	0.00
N	0.02	0.02	0.02
S	0.00	0.00	0.00
P	0.00	0.00	0.00

単位: 元素%

【0082】<結果>リンPは粒界部分に0.04元素%偏在することは確認されたが、粒状部分においてはその濃度が低すぎ、検出できない検出限界以下であった。また、多結晶最表面のリンPはリン酸塩、リン酸(P_4O_{10})、メタリン酸塩等の形態で存在することから、粒界でも同様であると推察される。一方全体分析では、リンPが30ppm (0.003重量%) だったため、概算されるリンP量は0.003元素%以下であることから、粒界に極めて多くのリンPが存在し、粒状部分と粒界部分とにおけるリンPの含有比は13倍以上であることが判る。

【0083】このように、表3、表4の結果から、結晶粒部分 (粒状部分) にはガス化成分が殆ど存在せず、また、粒界部分にガス化成分が殆ど偏在していることがわかる。

【0084】

【発明の効果】本発明のMgO蒸着材によれば、MgO純度が99.0%以上かつ相対密度が90.0%以上で、リンP含有量が0.01～30ppmとしたことにより、このようなMgO蒸着材料を用いて、電子ビーム蒸着法またはイオンプレーティング法によりAC型PDP等のMgO保護膜を成膜した際には、スブラッシュの発生程度が低減して、保護膜として、MgOの膜密度、膜厚分布、光透過性、耐スパッタ性、放電特性 (放電電圧、放電応答性等)、絶縁性等の膜特性を向上することができるという効果を奏する。また、本発明のMgO蒸着材の製造方法において、リンP含有量が0.01～30ppmのMgO粉末を原料として用いることにより、上記のようなMgO蒸着材を製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係るMgO蒸着材およびその製造方法の実施例におけるスブラッシュ試験の結果を示すもので、電子ビーム電流値に対するスブラッシュ粒数のグラフである。

【図2】 本発明に係るMgO蒸着材およびその製造方法の実施例におけるスブラッシュ試験の結果を示すもの

で、単結晶および多結晶におけるスプラッシュ品の画像である。

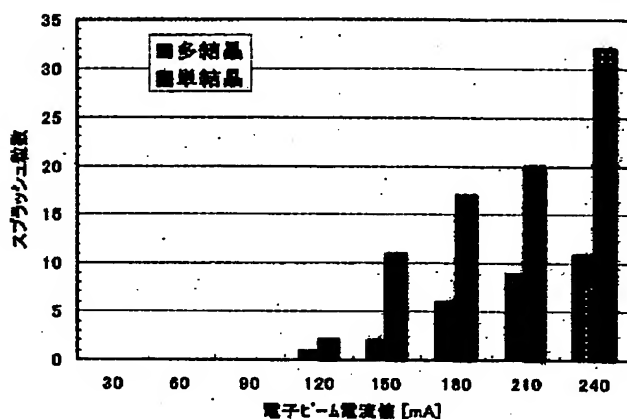
【図3】 本発明に係るMgO蒸着材およびその製造方法の実施例におけるガス化成分偏在評価の結果を示すも

ので、サンプル断面のTEM写真で、その測定点位置を示すものである。

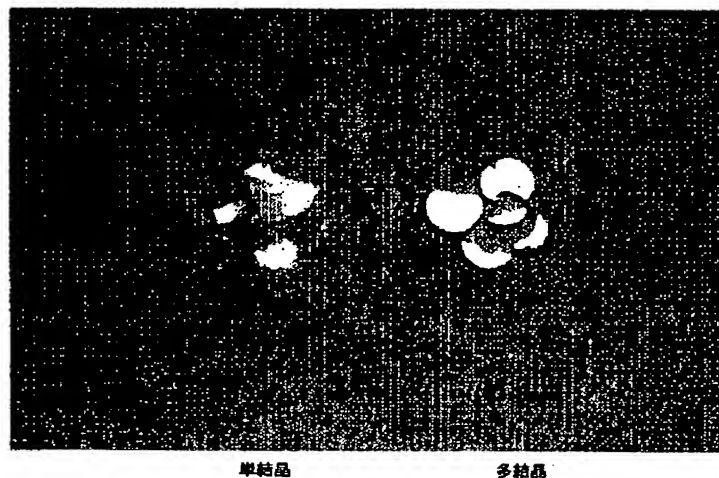
【符号の説明】

1～5 測定点

【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 豊口 銀二郎
茨城県那珂郡那珂町向山1002-14 三菱マ
テリアル株式会社総合研究所那珂研究セン
ター内

(72)発明者 黒光 祥郎
茨城県那珂郡那珂町向山1002-14 三菱マ
テリアル株式会社総合研究所那珂研究セン
ター内

Fターム(参考) 4G030 AA07 AA41 BA01 CA05
4K029 DB05 DB08 DB21
5C027 AA07
5C040 GE07 GE09 JA07